

(117306C)

Partial translation of Reference 1:

JP Patent Application (Unexamined) Disclosure No. 50-081991

- July 3, 1975

Application No. 48-131647 - November 26, 1973

Applicant: A. A. Chemical K.K., Tokyo, JP

Title: Method for the pelletization of carbon black which is not scattered or staining

[Claim] (single claim)

Method for pelletizing carbon black without scattering or staining, characterized by carrying out the pelletization by using a high molecular compound with an average molecular weight of 2000 or more or a mixture of said high molecular compound and an equivalent amount or less of a rubber softening agent in an amount of 2 to 20 parts by weight based on the powdered carbon black, and by preparing a liquid with a viscosity of 1000 CPS or less at 25°C, when obtaining an emulsified liquid or solution by using water or solvent.

[Excerpt from the detailed description of the invention]

Example:

A pelletization test of carbon black powder was carried out using a pin-type pelletizer that consists of a hollow cylinder with a hopper for supplying carbon black powder and a liquid inlet at the entrance part, having therein a rotational shaft

equipped with many helically arranged stirring pins at right angles to the shaft. The carbon black used in this test was ASTM N-285, which is relatively bulky and hard to pelletize due to scattering and staining. Cyclohexane was used as the solvent for the high-polymer compound for pelletization unless it was impossible (when impossible, the solvent was selected according to the high-polymer compounds, i.e. tetrahydrofuran for vinyl chloride, for example). The aforementioned powdered carbon black and the high-polymer compound solution were separately fed to the pelletizer, and pelletization was carried out while mixing and stirring the same with the rotation of the shaft and then extruding the same from the outlet. The pelletizing liquid was used in an amount of 100 to 150 volume based on 100 parts by weight of the carbon black, but this proportion can be decided according to the kind of the carbon black and the viscosity of the pelletizing liquid. The number of rotations can be decided according to the viscosity of the pelletizing liquid in order to obtain a nicely-shaped pelletized product. The inventors of the present invention obtained pelletized carbon black with a diameter of approximately 0.5 to 3mm, i.e. with approximately the same size with or slightly larger than the commercially available carbon blacks.

The following points of the obtained carbon black were evaluated:

- a) staining
- b) scattering

c) dispersibility

The rubber compound was press-vulcanized according to a conventional method for 30 minutes at 145°C. The dispersibility of the carbon black of the obtained vulcanized sheet was evaluated according to the method of ASTM D-2663-A. The result is shown in the table in five grades (poor dispersibility: XX; excellent dispersibility: ○. Five grades: XX→X→Δ→○→○).

d) physical property of rubber

Table:

No.	high-molecular compound			pelletized product		evaluation a b c d
	kind	molecular weight	added amount	viscosity (CPS)		
17	polystyrene	approx. 100000	17	28	○ ○ × ×	
18	polystyrene/process oil (weight ratio 2/1)	"	15	17	○ ○ ○ Δ	
25	process oil (naphthene-based)	300-400	15	-	× Δ ○ Δ	
26	process oil (aromatic group-based)	"	17	-	× Δ ○ Δ	

公開特許公報

⑪特開昭 50-81991

⑬公開日 昭 50(1975) 7.3

⑫特願昭 48-131647

⑭出願日 昭 48(1973) 11.26

審査請求 未請求 (全5頁)

庁内整理番号

6646 41
6639 4A

⑫日本分類

14 E313
130B81⑮Int.Cl²

C09C 1/148

(2,000円)

特 許 願

昭和48年 11月 26日

特許庁長官 斎藤英雄殿

1. 発明の名称
飛散、汚染性の無いカーボンブラック造粒法
2. 発明者
住所 東京都世田谷区経堂5丁目20番地2号
氏名 山田翠吉 (他1名)
3. 特許出願人
住所 東京都港区芝公園二丁目3番4号
名称 エーエーケミカル株式会社
代表者 榎本泰延
4. 代理人
住所 東京都港区芝大門一丁目13番9号
昭和電工株式会社内
氏名 (7037) 井理士 菊地精一
- 5.添附書類の目録
1)明細書 1通
2)願書副本 1通
3)委任状 1通

明 細 書

1. 発明の名称

飛散、汚染性の無いカーボンブラック造粒法

2. 特許請求の範囲

粉末状のカーボンブラックに対し平均分子量が2000以上の高分子化合物又は該高分子化合物とその等量以下のゴム用軟化剤を2~20重量部用い且、水又は溶剤により乳化液又は溶液とした場合の25℃における粘度として1,000 CPS以下の液を調製し、造粒することを特徴とする飛散、汚染性の無いカーボンブラックの造粒法。

3. 説明の詳細な説明

本発明はカーボンブラック粉末の造粒法に関するものである。

カーボンブラックは通常過剰空気状態で燃料油又は燃料ガスを燃焼して1,000℃以上の高温雰囲気を作り、そこへ原料油を添加して不完全燃焼状態で分解し製造され、主たる用途としてゴム用添加剤として用いられている。製造された状態でのカーボンブラックは見掛け比重が極めて小さい故

粉末であって、しかもも附着性が大きいため包装、輸送或いは使用取扱い中に飛散、附着による作業環境の汚染が甚だしく、また人体に対する影響も軽視し得ないため、従来より種々その対策が練られてきた。

従来行われている方法を大別すると1)カーボンブラック粉末の粒状化及び2)カーボンブラック粉末を予めゴムと混合して所謂マスター・バッチ(正確に言えばカーボンブラックマスター・バッチ)とする方法がある。前者の方法は最も一般的に行われている方法で適当量の水と場合によっては更に少量のリグニン、糖蜜等の結合剤を加えて混合し、僅約1mm前後の粒とし乾燥する。しかし、この方法では結合剤が充分ではないためか、微粉末状のものが数%程度定常的に残存する欠点があり、また粒自体の結合力が弱いため圧縮、摩擦等により簡単に壊れて微粉化しやすい。かかる欠点を防止するため結合剤を多量に使用した場合には逆に粒が硬くなり過ぎて、これをゴムに混合する際、カーボンブラックの均一な分散を妨げかえって逆効

またはカルボシキル基をつけた液状ポリブタジエン等があり、これらの各種ゴム及び液状ゴムも当然使うことが出来るが前述の所謂汎用ゴムと呼ばれる化合物と比較した場合には若干汎用性に欠ける点に注意すべきであろう。

高分子化合物の分子量については低分子量のものでは、その種類によって粒が軟か過ぎたり或いは脆くて崩れ易かったり性能にバラツキがあり充分な効果が得られないが、平均分子量が2000以上、好ましくは約5,000以上のものであれば原則として特にその種類を問わず所期の効果を期待することができる。尚、ここで云う平均分子量とは得られた造粒品中の高分子化合物の分子量を指すものであって、熱または適当な媒質の存在下で重合可能なモノマー化合物を用いて造粒した後脱媒工程で上記程度以上の分子量とした場合も本発明に含まれる。また高分子側の分子量についてはその種類によって異なり一律に規定することは困難であり、実際上はゴムに混合した場合の加工操作、加硫操作或いは製品物性に及ぼす影響を考

サイド、ジメチルホルムアミド等の前記高分子化合物に対する所要媒質を用いて溶液とする場合には25℃に於ける粘度として約1,000 CPS以下、好ましくは約500 CPS以下にすることが均一な造粒のために必要である。

尚、使用すべき高分子化合物の量としてはなるべく少量でカーボンラック微粒子を均一に相互に結合させることが好ましいが、本発明者等の知見によればカーボンラック粉末100重量部に対し、2～30重量部、好ましくは5～15重量部程度が適当であることが認められた。ただ、この最適量は高分子化合物の種類によって異なり、例えば、高分子化合物として通常のゴムを用いる場合、ゴムの分子量が大きいと少量でも溶液粘度が高くなり、均一な造粒が困難となる場合もある。斯る場合には該高分子化合物の1部を通常用いられるゴム用軟化剤、例えば、プロセス油、可塑剤、植物油等で置換することにより容易にこの欠点を除くことができる。ただ、この際軟化剤の量が多過ぎると粒からの浸出、附着による汚染の可能性があ

根し適宜選択すべきである。

本発明に於ける造粒法については特殊な装置及び特殊な操作を何ら必要とせず、従来行われている通常の造粒法によって容易に造粒し得ることも発明の重要な要件の一つとして加味されているが、かかる通常の造粒法で造粒するためには前記高分子化合物を液状で用いる必要があり、また円滑且均一な造粒を行なうためには液の粘度を或る値以下に保つ必要があることが認められた。即ち、造粒の際の液の粘度は低い方が好ましく、分散系（所謂ラテックス）として用いる場合には問題ないが、例えばベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素、ガソリン、ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族炭化水素、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン類、酢酸エチル、酢酸ブチル等のエステル類、四塩化炭素、クロロホルム、トリクロレン、クロルベンゼン等のハロゲン化炭化水素、テトラヒドロフラン、ジオキサン等エーテル類、等その他、フルフラール、ニトロベンゼン、ジメチルスルホオキ

るため、その量は高分子化合物に対して同量、好ましくは5重量部以下に止るべきである。

以下、本発明についての代表的な例を掲げ、更に具体的に説明するが、勿論、本発明はこれらの例にのみ限定され得ないことは言う迄もなく本文に詳記した範囲内に於いて、その使用目的に応じ適宜実施し得るものである。^{*}

番号	高分子化合物	分子量	添加量	粘度(CPS)	連続供給量
1	天然ゴム(SBR) (未練り)	20万以上	16.8/20000	700	○○△△
2	(* 十分練り)	約10万	1.5	3.8	××○○
3	" "	"	7.5	9.9	△○○○
4	" "	"	1.8	1.66	△○○○
5	SBR(ソルブレーン ¹)*2	14万	1.4	3.0	××○○
6	" " 180 ²	11万	2.3	1.7	○○○○
7	SBR(ソルブレーン)(ソルブレーン ¹)*3	9万	2.5	2.0	△○○△
8	" "	"	1.5	6.0	○○○○
9	" "	"	1.7	4.0	○○○○
10	" " (ソルブレーン ¹)*3	23万	1.7	1.98	○○○△
11	SBR(ソルブレーン)(ソルブレーン ¹)*3	"	1.5*4	-	△○○○
12	" " (1/1)	"	1.5*4	1.7	△○○○
13	油溶性SBR(ソルブレーン) (ソルブレーン ¹)*3 (2/1)	(約10万分子量)	1.5*4	2.8	○○○○
14	SBR(ソルブレーン ¹)*3 (2/1)	25万	1.5	1.90	○○××
15	DBR(オオブレーン W ²)	約10万	1.5	4.30	○○△△
16	NBR(チコリック ²)*4	約10万	1.5	1.20	○○△△
17	ポリスチレン	"	1.7	2.6	○○××
18	97%ジエチルジオキシ油(重合比1/1)	"	1.5*4	1.7	○○○△
19	PVO	5~10万	1.5	2.50	○○xxxx
20	PVO/DBP (2/1.5)	"	1.5*4	-	○○○○
21	油溶性SBR(ソルブレーン ¹)*3	8~10万	1.5	2.75	○○××
22	" /DBP (2/1)	"	1.5*4	-	○○○○
23	液状BR	3000~30000	1.5	-	△△○○
24	低分子量PP	7000~8000	1.5	-	○○○○
25	プロセス油(ナフチン系)	300~400	1.5	-	△○○○
26	" (芳香族系)	"	1.7	-	△○○○
27	クロロジ・イソブレン樹脂	数百	1.5	-	△△○○

* 1 フィリップス社の開発した浴液重合法による一連の合成ゴムを総称して"ソルブレン"(商品名)といふ。組成的には各種の S B R , B R があり、S B R にはランダム形(通常の乳化重合による S B R はこれに属する)とブロック形があり、ブロック形にはA-B形とA-B-A形(所謂熱可塑性エラストマー)とある。

* 2 ランダム形の S B R , スチレン量 25% , ムーニー粘度(分子量に関係する)により # 1204 と # 1206 がある。

* 3 A-B-A形のブロック形 S B R でムーニー粘度により # 406 と # 414 がある。

* 4 高分子物質/油のブレンドでの添加量はボリマー量+油量としてカーボンブラック 100重量部に対する重量%で示す。

* 5 A-B-A形のブロック形 S B R の油混形でボリマー 100 重量部に対し油(芳香族系プロセス油) 50 重量部を製造工程でフレンドしたもの。

* 6 ソルブレン方式による稍低分子量の B R ,

* 7 硫黄変性形の代表的クロロブレンゴム。

* 8 中ニトリル量の代表的 N B R

* 9 バイエル社の製品(酢酸ビニル 4.5%)

6. 前記以外の発明者

住所 神奈川県藤沢市藤沢 660 番地 3 号
氏名 村松勝利

特許出願人 エーエーケミカル株式会社

代理人 菊地精一